

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 07-167376  
(43)Date of publication of application : 04.07.1995

(51)Int.CI.

F16L 59/06

(21)Application number : 05-343817  
(22)Date of filing : 17.12.1993

(71)Applicant : NIPPON MUKI CO LTD  
(72)Inventor : KAWASHIMA KOICHI  
MIYASHITA SEI  
MASUDA RYUJI  
KITAMURA KAZUHIRO  
KATAGIRI YUJI

## (54) VACUUM HEAT INSULATING MATERIAL AND MANUFACTURE THEREOF

## (57)Abstract:

PURPOSE: To dissolve vacuum degradation over a long period of time without deformation such as waviness and recess by binding mutual inorganic fibers at the respective intersections by components eluted from these fibers.  
CONSTITUTION: Inorganic fibers of 2  $\mu\text{m}$  or less in average fiber diameter are collected into the cotton state, and after the attachment of an acid aqueous solution, compression-dehydrated and dried, the eluted components of the inorganic fibers are then collected to the intersections of the inorganic fibers and hardened. If the average fiber diameter exceeds 2  $\mu\text{m}$ , recessions become large at the time of evacuation. Because of being formed only of such inorganic fiber without containing organic substance, there is no generation of gas, carbonization or the lowering of strength due to the burning of organic substance even during use under high temperature, nor is vacuum degradation generated at the time of use for a long period of time. Because of not using an inorganic binder, an obtained compact is made into the hard board state, so that cracking and chipping caused by compression during evacuation are not generated, nor is compression restoring performance damaged. In addition, air bubbles are not left inside heat insulating material.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 20.09.2000  
[Date of sending the examiner's decision of rejection] 06.01.2004  
[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]  
[Date of final disposal for application]  
[Patent number]  
[Date of registration]  
[Number of appeal against examiner's decision of rejection]  
[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]  
[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平7-167376

(43)公開日 平成7年(1995)7月4日

(51)Int.Cl.<sup>6</sup>  
F 16 L 59/06

識別記号

序内整理番号

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数5 FD (全3頁)

(21)出願番号 特願平5-343817

(22)出願日 平成5年(1993)12月17日

(71)出願人 000232760  
日本無機株式会社  
東京都千代田区神田錦町3丁目1番地  
(72)発明者 川島 孝一  
岐阜県不破郡垂井町630番地 日本無機株式会社垂井工場内  
(72)発明者 宮下 聖  
岐阜県不破郡垂井町630番地 日本無機株式会社垂井工場内  
(72)発明者 増田 龍司  
岐阜県不破郡垂井町630番地 日本無機株式会社垂井工場内  
(74)代理人 弁理士 清水 善▲廣▼

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 真空断熱材およびその製造方法

(57)【要約】

【構成】 平均纖維径 2  $\mu$  m以下の無機質纖維を集綿して酸性水溶液を付着処理後、圧縮脱水して乾燥させ、無機質纖維の溶出成分を無機質纖維の交点に集めて硬化させて、平均纖維径 2  $\mu$  m以下の無機質纖維同士がそれら纖維より溶出した成分によって各交点で結着している真空断熱材を得る。

【効果】 本発明による真空断熱材は、真空排気時の波打ちや凹み等の変形がなく、また、有機バインダや無機バインダを含まないので長時間に渡って真空劣化がない。また、本発明による真空断熱材の製造方法によれば、前記真空断熱材を簡単に製造することができる。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 平均纖維径 $2\text{ }\mu\text{m}$ 以下の無機質纖維同士がそれら纖維より溶出した成分によって各交点で結着していることを特徴とする真空断熱材。

【請求項2】 前記無機質纖維は熱伝導の方向に対して垂直方向に配向するように積層されたことを特徴とする請求項1記載の真空断熱材。

【請求項3】 前記無機質纖維がガラス纖維、セラミック纖維、スラグウール纖維、あるいはロックウール纖維のいずれかであることを特徴とする請求項1記載の真空断熱材。

【請求項4】 請求項1記載の真空断熱材の製造方法であって、平均纖維径 $2\text{ }\mu\text{m}$ 以下の無機質纖維を集綿して酸性水溶液を付着処理後、圧縮脱水して乾燥させ、無機質纖維の溶出成分を無機質纖維の交点に集めて硬化させることを特徴とする真空断熱材の製造方法。

【請求項5】 前記酸性水溶液のpH値を5以下とすることを特徴とする請求項4記載の真空断熱材の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、真空断熱材およびその製造方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 従来、この種の真空断熱材としては、無機質纖維によるニードリングマット、フェルト、ブランケット等を断熱容器や袋内に収納し、その後真空にして密封したものや、無機質纖維を無機バインダで強固に成形したものが知られている。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】 しかしながら、前者の場合は無機質纖維を断熱容器や袋に入れ真空排気した場合、マットやフェルトの密度むら、あるいは纖維マットの有する圧縮変形性によって、断熱容器や袋が波打ち、あるいは凹むという問題点を有する。また、アルミ箔に収納した場合には高温で使用するとアルミ自身からの放射により断熱性が損なわれるという問題点を有する。また、後者の場合は、真空排気時の凹みは少ないが、無機バインダで固められているため素焼きの磁器のように弾力性がなく、真空排気時に割れが発生し、断熱性能が低下する。また、無機バインダにより膜が形成されるため、真空排気時に成形体内部の気泡からの脱気が難しく、真空断熱材として長時間使用すると、この気泡から発生するガスのため真空劣化が起り断熱性能の寿命が短くなる等の問題点を有する。一方、無機質纖維の平均纖維径が $4\sim15\text{ }\mu\text{m}$ の太いものを芯材として袋にいれ真空にして用いる場合もあるが、この場合は真空排気時の凹みに加え、真空熱伝導率が $0.01\text{ k cal/m}\cdot\text{h}\cdot\text{°C}$ 程度迄しか得られないという欠点を有す。本発明は、これらの問題を解消し、有機バインダ、無機バイン

ダを含まず、真空排気時に割れ、欠けがなく、また、凹むことなく、更に長時間放置しても真空劣化がなく、高い真空熱伝導率を有する所望の形状の真空断熱材とそれを製造する方法を提供することを目的としている。

## 【0004】

【課題を解決するための手段】 本発明の真空断熱材は、前記目的を達成するため、無機質纖維同士がそれら纖維より溶出した成分によって各交点で結着していることを特徴とする。

10 【0005】 前記真空断熱材を構成する無機質纖維としては、ガラス纖維、セラミック纖維、スラグウール纖維、ロックウール纖維等が使用できるが、平均纖維径が $2\text{ }\mu\text{m}$ 以下が得られやすい観点から、ガラス纖維が好ましい。また、前記無機質纖維の纖維径を、平均纖維径 $2\text{ }\mu\text{m}$ 以下の範囲のものを使用するようにしたのは、平均纖維径が $2\text{ }\mu\text{m}$ を超えると真空排気時に凹みが大きくなり、また、真空熱伝導率も $0.01\text{ kcal/m}\cdot\text{h}\cdot\text{°C}$ 以下にはならないからである。尚、纖維径は細ければ細いほど好ましいが、平均纖維径 $0.5\text{ }\mu\text{m}$ 未満の纖維は現況では全く汎用性がないため、無機質纖維の平均纖維径は $0.5\sim1.0\text{ }\mu\text{m}$ の範囲のものが好ましい。

【0006】 前記真空断熱材を得るための本発明の製造方法は、平均纖維径 $2\text{ }\mu\text{m}$ 以下の無機質纖維を集綿して酸性水溶液を付着処理後、圧縮脱水して乾燥させ、無機質纖維の溶出成分を無機質纖維の交点に集めて硬化させることを特徴とする。

【0007】 前記無機質纖維の集綿は、例えば $20\sim100\text{ mmH}_2\text{O}$ 程度の静圧で集綿するか、あるいは該集綿物を同程度の静圧で吸引しながら集綿可能なモールド

30 内に輸送するようにする。次にこの集綿物に酸性水溶液を付着処理するが、この付着処理する酸性溶液のpHは5以下であることが好ましい。これはpH5を超える中性域からアルカリ性域では、無機質纖維同士の結着がほとんど起きないからである。また、pH5以下に調整するため添加する酸としては、塩酸、硫酸、硝酸、リン酸、酢酸等が使用できるが、液の安定性および取扱い性より硫酸が好ましい。また、前記付着処理物は一般に $2\sim10\text{ kg/cm}^2$ 程度の圧力で圧縮脱水して、浸潤した所望の厚さおよび形状の成形体とする。その後、自然乾燥、熱風乾燥、接触乾燥、高周波乾燥、遠赤外線乾燥等の乾燥方法より適宜選択して乾燥し真空断熱材を得る。

## 【0008】

【作用】 本発明の真空断熱材は、無機質纖維からのみ構成され有機物を含まないため、高温使用時に於いてもガスの発生や炭化あるいは有機物焼失による強度の低下も生じない。また、長時間使用時の真空劣化も起らしない。また、無機バインダも使用しないため、得られた成形体が硬いボード状になり、真空排気時の圧縮により割れ、欠けが発生したり、圧縮復元性を損なうこともな

い。また、断熱材の内部に気泡が取り残されることもない。本発明の製造方法では、酸性水溶液を付着処理した湿式成形体を乾燥する工程に於いて、纖維全体を覆つていた水分が蒸発するに従つて、酸性水溶液が表面張力の働きにより纖維同士の接点に集合し、同時に濃縮され、pH値が低下することによって、交点の纖維表面が侵食を受ける。そして、溶出成分  $\text{SiO}_2$  によりグル化した表面纖維は、更に乾燥されて固化し、纖維交点において纖維同士が結着する。また、集綿時に無機質纖維は二次元方向に配向するため、真空断熱材は無機質纖維の方向が伝熱方向に対して垂直方向に配向するように制御でき、断熱効果が向上し熱伝導率の値が小さくなる。

## 【0009】

【実施例】次に本発明の実施例を比較例と共に説明する。

【実施例1】まず、平均纖維径  $0.8 \mu\text{m}$  のCガラス短纖維（含アルカリ珪酸塩ガラス）を集綿機で集綿した。次に、この集綿物にpH3に調整した硫酸水溶液を付着処理し、圧縮脱水して湿潤状態の所定の形状を有する成形体を得た。これを熱風乾燥して、厚さ  $30\text{mm}$  の成形体を得た。この成形体を評価したところ、平均纖維径  $0.8 \mu\text{m}$ 、平均纖維長  $10\text{mm}$ 、有機物含有量は  $0.01\%$  以下であり、割れ、欠けや剥離も発生しなかった。また、 $550^\circ\text{C}$  程度の高温下で使用した場合も強度の低下は無く、 $0.5\text{kg/cm}^2$  加圧による圧縮復元性も  $100\%$  で変化がなかった。この真空断熱材を袋に収納し、 $10^{-3}\text{Torr}$  まで真空排気した。このとき真空断熱材の波打ちや凹みはなく、割れや、欠けもなかった。また、室温で熱伝導率を測定した結果、 $0.002$

$\text{kcal/m \cdot h \cdot }^\circ\text{C}$  であり、10年間に相当する真空劣化の加速試験においても真空劣化はほとんどなく、熱伝導率の値も変化しなかった。

【0010】（比較例1）平均纖維径  $7\mu\text{m}$  のCガラス纖維からなる厚さ  $50\text{mm}$ 、密度  $0.09\text{g/cm}^3$  のマットを袋に収納し、 $10^{-3}\text{Torr}$  迄真空排気した。このときマットは  $10\text{mm}$  まで収縮し、マットの密度むらに起因する波打ちと反りが発生した。また、熱伝導率は  $0.012\text{kcal/m \cdot h \cdot }^\circ\text{C}$  であった。

【0011】（比較例2）比較例1と同様のマットに無機バインダである水ガラスを含浸させ、 $1\text{kg/cm}^2$  の圧力でプレスし乾燥して厚さ  $10\text{mm}$  のマットを得た。このマットを袋に収納し、 $10^{-3}\text{Torr}$  迄真空排気したところ、マットに亀裂が入り、表面の平滑性がなくなった。また、熱伝導率は  $0.008\text{kcal/m \cdot h \cdot }^\circ\text{C}$  であったが、真空劣化の加速試験終了時には  $0.02\text{kcal/m \cdot h \cdot }^\circ\text{C}$  まで劣化していた。

## 【0012】

【発明の効果】このように、本発明による真空断熱材は、真空排気時の波打ちや凹み等の変形がなく、また、有機バインダや無機バインダを含まないので長時間に渡って真空劣化がない。更に、平均纖維径  $2\mu\text{m}$  以下の無機質纖維を熱伝導の方向に対して垂直方向に配向するよう積層させた場合には、 $550^\circ\text{C}$  以下の温度であれば真空熱伝導率の値が小さく、取扱い性もよく、優れた断熱性を持つ。また、本発明による真空断熱材の製造方法によれば、前記真空断熱材を簡単に製造することができる。

## フロントページの続き

(72)発明者 北村 一浩

岐阜県不破郡垂井町630番地 日本無機株  
式会社垂井工場内

(72)発明者 片桐 裕治

岐阜県不破郡垂井町630番地 日本無機株  
式会社垂井工場内